

Abstract (Equivalent): US 4942029 A

Medicated skin compsn. useful for application to human skin to form an antimicrobial barrier on the skin comprises a film forming amt. of a copolymer of methylvinylether and maleic acid, citric acid ester plasticiser, an antimicrobially effective amt. of 2,4,4'-trichloro-2'-hydroxydiphenyl ether (I) and an alcohol solvent. Compsn. pref. contains 10-20 wt.% based on the total compsn. of copolymer whin the form of its 1-6C alkyl ester pref. butyl ester, about 80 to about 90 wt.% alcohol solvent isopropyl alcohol, 0.1-3 wt.% of plasticiser pref. acetyl tributyl citrate and 0.1-2 wt.% (I) all based in the total compsn. USE - Compsn. is used for forming an antimicrobial barrier on skin.

(3pp)

Derwent Class: A96; D22; E14; E17; P34

International Patent Class (Main): A61K-031/085; A61L-025/00

International Patent Class (Additional): A61K-007/40; A61K-009/70;

A61K-031/08; A61L-015/44; C07C-043/29

?S PN=JP 8319213

S6 1 PN=JP 8319213

?T 6/7/1

6/7/1

DIALOG(R)File 352:DERWENT WPI

(c) 2000 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

011095137

WPI Acc No: 97-073062/199707

Aesthetic and medical adhesive pack sheets contg. e.g. skin nutrients, steroid(s) and antiviral agents - comprises support layer, separable layer, adhesive layer, base, polyhydric alcohol, polyvalent metal salt, stabiliser and polyacrylacid

Patent Assignee: TAIHEIYO KAGAKU KK (TAIH-N)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Main IPC	Week
JP 8319213	A	19961203	JP 95123297	A	19950523	A61K-007/00	199707 B

Priority Applications (No Type Date): JP 95123297 A 19950523

Patent Details:

Patent	Kind	Lan	Pg	Filing Notes	Application	Patent
JP 8319213	A		8			

Abstract (Basic): JP 8319213 A

Aesthetic and medical adhesive pack sheets comprises a support layer, a separable layer, and at least one adhesive layer made from an effective ingredient, an adhesive base, a polyhydric alcohol and a polyvalent metal salt, opt. further contg. a stabiliser, a filler and a water soluble or swelling polymer, in which the adhesive layer is composed of 5-20 wt.% of methylvinyl-maleic acid monoalkyl ester copolymer and/or methylvinyl ether-maleic anhydride copolymer, 2-30 wt.% of a polyacrylic acid and/or its salt.

(1) The molecular wt. of 1,000-50,000,000 for polyacrylic acid or

its salt and (2) the molecular wt. of 1,000-5,000,000 for methylvinyl ether-maleic acid monoalkyl ester copolymer or methylvinyl ether-maleic anhydride copolymer.

USE/ADVANTAGE - Pack type aesthetic and medical prepns. contg. skin nutrients, analgesics, anaesthetics, antihistaminics, anti-inflammatory agents, antiviral agents, steroids and vitamins. The pack sheets exhibit satisfactory adhesiveness while maintaining moisture without skin irritation.

Claimed components are successively laminated to give the aimed prods. and stabilisers (e.g. chelating agents, lactic acid and tartaric acid) and water soluble or swelling polymers (e.g. Na-CMC, PVP, PVA, gelatin, hydroxymethylcellulose, gum arabic and Na alginate) may be added at concns. of 0.01-15.0 wt.% to total amt. of the adhesive layer.

Dwg. 0/2

Derwent Class: A96; B07; D21

International Patent Class (Main): A61K-007/00

International Patent Class (Additional): A61K-009/70

?LOGOFF

FILED 9/29/00

(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平 8 - 3.1 9 2 1 3

(43) 公開日 平成 8 年 (1996) 12 月 3 日

(51) Int. Cl.

識別記号

庁内整理番号

F 1

技術表示箇所

A61K 7/00

A61K 7/00

U

9/70

324

9/70

324

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号

特願平 7 - 1 2 3 2 9 7

(22) 出願日

平成 7 年 (1995) 5 月 23 日

(71) 出願人

591135303

株式会社太平洋

大韓民国ソウル特別市竜山区漢江路 2 街 1  
81 番地

(72) 発明者

安 鐘 源

大韓民国ソウル特別市九老區始興 1 洞、ム  
ジケアパート 2 - 405

(72) 発明者

李 佑 榮

大韓民国京畿道安養市東安區虎溪 1 洞 21  
- 3、セムマウルア林光アパート 302 -  
802

(74) 代理人

弁理士 成瀬 勝夫 (外 2 名)

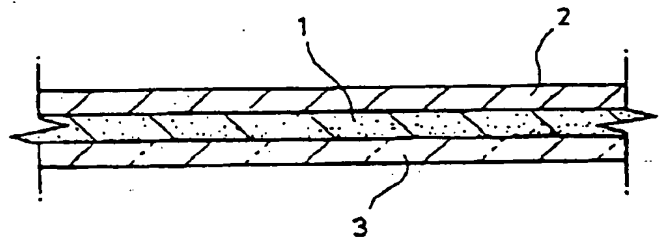
(54) 【発明の名称】 美容及び医療用の粘着性バックシート

(57) 【要約】

【目的】 優れた接着力と共に抜き出した保水力を持つ粘着性バックシートを提供する。

【構成】 支持層、剥離層及び少なくとも一つの粘着層で形成され、上記粘着層は有効成分、粘着基体、多価アルコール、多価金属塩、任意の安定化剤、充填剤、及び任意の水溶性又は水・膨潤性重合体を含む粘着性バックシートにおいて、上記粘着基剤がメチルビニルエーテル-マレ酸モノアルキルエステル共重合体又はメチルビニルエーテル-マレ酸無水物、及びポリアクリル酸又はその塩から構成されている粘着性バックシートである。

【効果】 本発明の粘着性バックシートは、皮膚への付着力が優れ、保水性も秀で、かつ、肌への刺激がない。



(2)

特開平8-319213

2

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 支持層、剥離層及び少なくとも1つの粘着層からなり、上記粘着層が有効成分、粘着基剤、多価アルコール及び多価金属塩並びに必要に応じて配合される安定化剤、充填剤及び水溶性又は水膨潤性重合体を含む粘着性バックシートにおいて、

上記粘着基剤が、粘着層の総重量に対して5~20重量%のメチルビニルマレイン酸モノアルキルエステル共重合体及び/又はメチルビニルエーテルマレイン酸無水物共重合体と、粘着層の総重量に対して2~30重量%のポリアクリル酸及び/又はその塩とからなることを特徴とする粘着性バックシート。

【請求項2】 ポリアクリル酸又はその塩の分子量は、 $1 \times 10^4 \sim 5 \times 10^5$  の範囲内である請求項1記載の粘着性バックシート。

【請求項3】 メチルビニルエーテルマレイン酸モノアルキルエステル共重合体又はメチルビニルエーテルマレイン酸無水物共重合体の分子量は $1 \times 10^4 \sim 5 \times 10^5$  の範囲内である請求項1又は2記載の粘着性バックシート。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、新たな感圧性バックシートに係り、より詳しくは、粘着基剤としてメチルビニルエーテルマレイン酸モノアルキルエステル共重合体及び/又はメチルビニルエーテルマレイン酸無水物共重合体とポリアクリル酸及び/又はその塩とを含む少なくとも1つの水性タイプの粘着層を有し、肌に対して優れた粘着力及び秀でた保水性を示す美容又は医療用の粘着性バックシートに関する。

【0002】

【従来の技術】美容目的のバック剤は、通常、ペースト状、クリーム状、あるいは、ゼリー状の剤形を持ち、指を用いて肌に塗布し、所定の時間が経過した後に水で洗淨するか、あるいは、剥がすようになっているので、バックが煩わしいのみならず、バック剤が乾燥するまでに相当な時間を要するという問題がある。

【0003】斯くの如き従来のバック剤の使用に伴う煩雑さを省くために、シート上に有効美容成分を塗布したバックシートを提供することも試みられている。例えば、粘着層がポリアクリル酸、ゼラチン、カルボキシメチルセルロース等の水溶性重合体と、多価アルコールと、水とからなる美容用バックシート剤が提案されている(特開昭54-49334号、特開昭63-162610号、特開昭63-78199号及び特開平1-254612号の各公報)。

【0004】しかしながら、これら美容用バックシートは、多種多様な高分子物質及び多量の充填剤を含むので、これらの成分間の均質な交叉結合(cross-linking、架橋結合)がなされず、約40℃の高温では保型性

が崩れるという欠点を有する。これは、シートを肌から取り除くとき、肌に残留してべたつく原因になるか、あるいは、肌に対する接着性が弱くシートが肌から剥がれ易いという問題を引き起こす。

【0005】また、粘着基剤としてメチルビニルエーテルマレイン酸無水物共重合体を利用した他の美容用バックシートも提案されている(特開昭60-34924号、特開昭61-22012号及び特開昭58-167510号の各公報)。しかしながら、これら美容用バックシートにおいては、シートに接着力と付着力を付与するためにラテックスを並用しなければならず、形を保持するためには多量の充填剤を含有させなければならないという問題がある。更に、これらバックシートは、その保水性がかなり劣るので、水性タイプの粘着性バックシートとしては使用不可能であり、しかも、これらは肌に刺激を与える。また、特開昭58-167510号公報に開示された美容用バックシートは、pH調整のために少量のメチルビニルエーテルマレイン酸無水物共重合体を含むしている。しかしながら、このバック剤もやはり保水性や保形性が悪く、付着力が劣るという点で満足できない。

【0006】更に、特開昭55-92306号公報には、粘着基剤が水含有ゴムから作られ、肌に対する改善された付着力を有する他の美容用バックシートが提案されている。しかしながら、このゴム基材のバック剤は、粘着層に含まれた水が層内に連続的に分散せず、水による効果的な柔軟効果や有効物質の肌への吸収があまり達成されないという問題がある。更に、粘着層が肌にあまりにも強力に付着するので、シートを肌から剥がす際に、肌の角質層が共に剥がれたり、あるいは、肌に刺激を与えるという問題もある。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】それ故、優れた接着力だけでなく、優れた保水性をも有する粘着性バックシートの開発が強く望まれてきた。かくの如き状況下、本発明者らは、優れた接着力と共に優れた保水性をも有する粘着性バックシートを開発すべく広範囲の研究を行い、その結果、粘着基剤としてメチルビニルエーテルマレイン酸モノアルキルエステル共重合体及び/又はメチルビニルエーテルマレイン酸無水物共重合体と共にポリアクリル酸及び/又はその塩をも含有する少なくとも1つの水性タイプの粘着層を用いることにより、上記目的を達成できることを見出し、本発明を完成した。

【0008】従って、本発明の目的は、優れた接着力と優れた保水性とを有する粘着性バックシートを提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】すなわち、本発明は、支持層、剥離層及び少なくとも1つの粘着層からなり、上記粘着層が有効成分、粘着基剤、多価アルコール及び多

(3)

特開平8-319213

3

価金属塩並びに必要に応じて配合される安定化剤、充填剤及び水溶性又は水膨潤性重合体を含有する粘着性バックシートにおいて、上記粘着基剤が、粘着層の総重量に対して5~20重量%のメチルビニルマレイン酸モノアルキルエステル共重合体及び/又はメチルビニルエーテルマレイン酸無水物共重合体と、粘着層の総重量に対して2~30重量%のポリアクリル酸及び/又はその塩とからなる粘着性バックシートである。本発明の他の目的、特徴及び適用は以下の発明の詳細な説明により当業者に明らかにされるはずである。

【0010】本発明において、粘着性バックシートは支持層、剥離層及び少なくとも1つの粘着層で形成され、上記粘着層の粘着基剤としてメチルビニルエーテルマレイン酸モノアルキルエステル共重合体及び/又はメチルビニルエーテルマレイン酸無水物共重合体と共にポリアクリル酸及び/又はその塩を含有することにその特徴がある。そして、上記粘着層には、このような粘着基剤のほかに、有効成分、多価アルコール及び多価金属塩、更には、必要に応じて配合される任意の安定化剤、充填剤や水溶性又は水膨潤性重合体等が含有される。

【0011】粘着層の粘着基剤としてポリアクリル酸又はその塩を単独で使用すると、得られた粘着性バックシートはその接着力や保形力が共に不良になる。このような難点を除くため、架橋結合の度合いを減じて接着力を強化させると、今度は得られた粘着性バックシートの保形性が低下し、シートを肌から剥がす際に肌にべたつきを残す。特に、支持層として不織布を用いた場合、粘着層に含まれている有効成分が不織布の支持層に浸透することもある。

【0012】メチルビニルエーテルマレイン酸モノアルキルエステル共重合体及び/又はメチルビニルエーテルマレイン酸無水物共重合体とポリアクリル酸及び/又はその塩との併用は、このような問題を解決する。上記した併用は、各物質の特性を劣化させるのではなく、むしろこれらの特性を相乗的に向上させる。

【0013】メチルビニルエーテルマレイン酸モノアルキルエステル共重合体やメチルビニルエーテルマレイン酸無水物共重合体は粘着性バックシートに優れた張力(tensile strength)及び接着強度を与えるだけでなく、秀でたフィルム形成能をも付与する。ポリアクリル酸やその塩は優れた保水性、接着力及び粘着層の形成中に顕著なシキソトロピー(hixotropy)効果を与える。

【0014】粘着層に配合されるポリアクリル酸やその塩の量は、粘着層の総重量に対して2~30重量%の範囲内である。また、このポリアクリル酸やその塩の分子量は $1 \times 10^4 \sim 5 \times 10^4$ の範囲内である。分子量が上記範囲の上限値より高いと肌への接着力が低くなる。ポリアクリル酸の塩としては、代表的にはアンモニウム塩やナトリウム塩が挙げられるが、勿論これらに限られるのではない。

4

【0015】接着層に配合されるメチルビニルエーテルマレイン酸モノアルキルエステル共重合体やメチルビニルエーテルマレイン酸無水物共重合体の量は、粘着層の総重量に対し5~20重量%の範囲内である。これら共重合体の分子量については $1 \times 10^4 \sim 5 \times 10^4$ の範囲内がよく、化学量論的中和度は(メチルビニルエーテルマレイン酸無水物共重合体の場合は加水分解された形態の中和度)1~100%の範囲内である。共重合体内に含まれているアルキル基としては、メチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、ブチル基、イソブチル基等が例示される。メチルビニルエーテルマレイン酸無水物共重合体が最も望ましい。

【0016】ポリアクリル酸やその塩とメチルビニルエーテルマレイン酸モノアルキルエステル共重合体やメチルビニルエーテルマレイン酸無水物共重合体は水溶液の形で使用される。粘着層は、その総重量を基準として、40~85重量%の水を含有する。

【0017】バックシートを美容の目的で用いる場合には、粘着層に美容的活性を持つ物質を配合することができ、この美容的活性を持つ物質の種類及び量は特に制限されず、当業者により適宜選定され得る。例えば、ヒアルロン酸、アミノ酸、蛋白質、ホルモン類、胎盤抽出物のような天然物質、界面活性物質、皮膚美白作用物質、ビタミン類等を挙げることができ、これらは単独で又は混合して使用することができる。

【0018】バックシートを医療用として用いる場合には、粘着層に水溶性又は水分散性の薬剤、例えば鎮痛剤、麻酔薬、抗ヒスタミン剤、皮膚刺激剤、抗炎症薬、抗ウイルス薬、ステロイド、ビタミン等を配合することができ、これらは単独で又は混合して使用することが可能である。

【0019】本発明のバックシート粘着層は、保水性、柔軟性及びゲル強度を増すように多価アルコールを含有する。この多価アルコールの種類としては、グリセリン、ソルビトール、プロピレン、グリコール、ジエチレングリコール、1,3-ジブチレングリコール、ポリエチレングリコール及びポリプロピレングリコール等を挙げることができるが、これらに限定されるのではなく、また、これらは単独で又は混合して使用することができる。粘着層に配合される上記多価アルコールの量は、粘着層の総重量を基準として0.1~50重量%である。

【0020】ポリアクリル酸やその塩とメチルビニルエーテルマレイン酸モノアルキルエステル共重合体やメチルビニルエーテルマレイン酸無水物共重合体のための架橋剤(cross-linking agent)は多価金属塩であり、この目的のために使用され得る多価金属塩としては、代表的には、アルカリ金属硫酸アルミニウム(alkaline metal aluminium sulfates)、塩化アルミニウム、水酸化アルミニウム、硫酸アルミニウム、酢酸アルミニウム、アルミニウムグリシネート、酒石酸アルミニ

50

(4)

特開平8-319213

ウム (aluminium tartrate) 等のアルミニウム塩や、塩化亜鉛、水酸化亜鉛、硫酸亜鉛等の亜鉛塩や、マグネシウム塩、カルシウム塩等が挙げられるが、これらに限られるものではない。これらは単独であるいは混合して使用され、その量は粘着層の総重量に対して0.005~5.0重量%の範囲内である。

【0021】粘着層には、粘着性ゲル基剤、薬剤又は他の有効物質を安定するための安定化剤を含有せしめることが可能である。安定化剤としてはEDTAやNa-EDTA等のキレート化剤、乳酸、クエン酸、酒石酸、低分子量ポリアクリル酸等を例示することができるが、これらに限られるのではない。これらは単独で又は混合して使用され、その量は粘着層の総重量に対して0.001~15.0重量%の範囲内である。

【0022】また、この粘着層には充填剤、好ましくは無機充填剤を含有せしめることができる。この充填剤としては、カオリン、ペンナイト、酸価チタニウム、無水シリケート及びタルク等があるが、これに限られるのではない。これらは単独で又は混合して用いることができ、その量は粘着層の総重量に対して0.001~30.0重量%の範囲内である。

【0023】更に、粘着層には水溶性又は水膨潤性の重合体を配合することも可能で、水溶性又は水膨潤性重合体としては、ソジウムカルボキシメチルセルロース、ポリビニルピロリドン、ポリビニルアルコール、ゼラチン、ヒドロキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、アラビアゴム又はアルギン酸ナトリウム等を挙げることができるが、これらに限られるのではない。これらは単独で又は混合して使用される。その量は粘着層の総重量に対して0.01~15.0重量%の範囲内である。

【0024】本発明の粘着性バックシートにおいて、その粘着層は単独の又は複数の層に形成することができる。本発明の粘着性バックシートは、常法によって作製せられ、支持層及び剥離層の種類は、バックシートの使用目的及び用途等により、当業者が容易に選定できる。

【0025】例えば、1つの粘着層を持つ本発明の粘着性バックシートは、次の如く製造される。メチルビニルエーテル-マレイン酸モノアルキルエステル共重合体あるいはメチルビニルエーテル-マレイン酸無水物共重合体を例えば60℃に加熱した脱イオン水に溶解又は分散させ、得られた溶液を20~60分間攪拌して加水分解する。このようにして調製された溶液を多価アルコールで希釈する。ポリアクリル酸を単独であるいは他の水溶性又は水膨潤性の高分子物質と混合したポリアクリル酸を脱イオン水に溶解させ、得られた溶液を上で調製した溶液に添加してよく混合する。次いで、薬剤又は美容的活性を有する物質、安定化剤、交差結合剤、充填剤、保存剤、界面活性物質又は香料等の活性物質を脱イオン水又は脱イオン水と多価アルコールとの混合物に溶解ある

いは分散させた溶液を、上で調製した均質の混合溶液中に攪拌しながら添加し、混合して粘着層溶液を製造する。

【0026】次いで、この粘着層溶液を支持層に0.05~1.0mmの厚さで均等に塗布し、剥離層をその上に積層する。かくの如くして得たバックシートは望む大きさと形に切り取って室温で約7日間熟成させる。

【0027】支持層としては、不織布、リント (linen)、ニット類又はプラスチックフィルムを用いることができる。

【0028】2層の粘着層を持つ本発明の粘着性バックシートを調製する方法としては、例えば、2つの異なる又は同一の粘着層溶液を支持層（又は剥離層）の上に順次塗布し、更にその上に剥離層（又は支持層）を積層することによって、あるいは、2つの剥離シートの上にそれぞれ粘着層溶液を塗布し、これら粘着層溶液が塗布された2つの剥離シートを互いに接合させて接着することにより製造することができ、この際には、実際の使用においては、その何れか一方の剥離シートが支持層として機能し、また、他方の剥離シートが剥離層として機能する。

【0029】

【実施例】以下、実施例、比較例及び試験例に基づいて、本発明をより具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例、比較例及び試験例に限定されるものではない。

【0030】実施例1

先ず、メチルビニルエーテル-マレイン酸モノエチルエステル共重合体の50%エタノール又はイソプロパノール溶液（供給者：ISP, Gantrez ES Series）に3倍量の脱イオン水を加え、次いで減圧下に70℃でエタノール又はイソプロパノールを蒸発させて固形分濃度25%の分散液又は溶液にした。

【0031】次いで、得られた25%メチルビニルエーテル-マレイン酸モノエステル共重合体水溶液20gと20%ポリアクリル酸水溶液20gとを混合して粘着基剤溶液を調製した。

【0032】また、脱イオン水14g中にグリセリン15g、下記の組成を有する美容成分混合物10g、非イオン性界面活性剤（Tween 80：ポリオキシエチレン（20）ソルビタモノオレート）1g、硫酸アルミニウムアンモニウム（アルミニウム換算で0.055重量%）0.5g、メチルパラベン（methyl paraben）0.1g及びトリエタノールアミン4.5gを溶解し、更にカオリン13g及び二酸化チタン2gを分散させ、美容成分を含む分散溶液を調製した。このようにして得られた分散溶液を上記粘着基剤溶液中に添加し、混合して粘着層溶液を調製した。なお、これら全ての混合操作は約50℃で行った。

【0033】

(5)

特開平8-319213

8

## 〔美容成分混合物の組成〕

ヒアルロン酸	3.0 g
乳酸	2.0 g
胎盤抽出物	0.5 g
流動パラフィン	1.0 g
ローズヒップオイル	0.5 g
ステアリル アルコール	0.2 g
ポリオキシエチレンソルビタンモノオレート	0.1 g
BHT	0.05 g
脱イオン水	q.s.

【0034】図1に示すように、このようにして得られた粘着層溶液を0.5mmの厚さで不織布からなる支持層3上に塗布して粘着層1とし、更にその上に剥離層2を積層し、実施例1の粘着性バックシートを得た。次いで、得られた粘着性バックシートを必要な形状及び大きさに切り取り、室温で7日間熟成させた。

## 【0035】実施例2

20%ポリアクリル酸ナトリウム塩（重量平均分子量：約 $1 \times 10^4$ ）水溶液20gと、脱イオン水20g中にメチルビフェニルエーテルマレイン酸無水物共重合体12gを溶解させて得られた溶液とを混合して粘着基剤溶液を調製した。

【0036】脱イオン水17g中にヒドロキシエチルセルロース1.5を溶解し、得られた溶液中に、ソルビトール15g、実施例1の美容成分混合物10g、非イオン性界面活性剤（Tween 80：ポリオキシエチレン(20)ソルビタモノオレート）1g、硫酸アルミニウムアンモニウム（アルミニウム換算で0.032重量%）0.5g、EDTA-2Na0.5g、酒石酸1.0g、ウレア1.7g及びメチルパラベン0.1gを溶解し、あるいは、分散させた。得られた分散溶液を上記粘着基剤溶液と混合し、粘着層溶液を調製した。なお、これら全ての混合操作は約50℃で実施された。

【0037】このようにして得られた粘着層溶液を0.5mmの厚さで不織布上に塗布し、更にその上に剥離層を積層し、実施例2の粘着性バックシートを得た。次いで、得られた粘着性バックシートを所望の大きさとし、形に切り取り、室温で約7日間熟成させた。

## 【0038】実施例3

20%ポリアクリル酸ナトリウム塩（重量平均分子量：約 $1 \times 10^4$ ）水溶液20gと、脱イオン水16g中にメチルビフェニルエーテルマレイン酸モノエチルエステル共重合体10g及びメチルビニルエーテルマレイン酸無水物共重合体5gの混合物を溶解させて得られた溶液とを混合して粘着基剤溶液を作製した。

【0039】脱イオン水14gにポリビニルピロリドン3gを溶解させ、得られた溶液にソルビン15g、実施例1の美容成分混合物10g、非イオン性界面活性剤（Tween 80：ポリオキシエチレン(20)ソルビタモノオレート）1g、硫酸アルミニウムアンモニウム（アルミニ

ウム換算で0.062重量%）0.4g、EDTA-2Na0.8g、ウレア1.7及びメチルパラベン0.1gを溶解し、あるいは、分散させた。得られた分散溶液を上記粘着基剤溶液と混合し、粘着層溶液を調製した。なお、これら全ての混合操作は約50℃で実施された。次いで、実施例2と同様にして粘着性バックシートを調製した。

## 【0040】実施例4

25%ポリアクリル酸ナトリウム塩（重量平均分子量：約 $5 \times 10^4$ ）水溶液15gと、25%メチルビニルエーテルマレイン酸無水物イソプロピルモノエステル水溶液25gとを混合して粘着基剤溶液を製造した。

【0041】脱イオン水24gにアルギン酸ナトリウム7gを溶解させた溶液に、ソルビン15g、実施例1の美容成分混合物10g、非イオン性界面活性剤（Tween 80：ポリオキシエチレン(20)ソルビタモノオレート）1g、硫酸アルミニウムアンモニウム（アルミニウム換算で0.062重量%）0.4g、EDTA-2Na0.5g、ウレア1.7及びメチルパラベン0.1gを溶解し、あるいは、分散させた。得られた分散溶液を上記粘着基剤溶液と混合し、粘着層溶液を調製した。

【0042】図2に示すように、このようにして得られた粘着層溶液を0.5mmの厚さで剥離シート（支持層3）上に塗布し、第1の粘着層1'を調製した。また、上記と同じ粘着層溶液を0.5mmの厚さで別の剥離シート（剥離層2）上に塗布し、第2の粘着層1'を作製した。これらの剥離シートをそれらの粘着層1.1'が互いに向かい合うように積層して2つの粘着層1.1'を有する実施例4の粘着性バックシートを作製した。

## 【0043】実施例5

25%ポリアクリル酸アンモニウム（重量平均分子量：約 $5 \times 10^4$ ）水溶液25gと、脱イオン水18g中にメチルビフェニルエーテルマレイン酸無水物共重合体10gを溶解させて得られた溶液とを混合して粘着基剤溶液を作製した。

【0044】脱イオン水19gにポリビニルピロリドン3gとポリビニルアルコール1.5gとを溶解させた溶液に、グリセリン10g、1,3-ブタンジオール5g、ペパーミントオイル2.2g、ジクロフェナクナトリウム（diclofenac sodium）4%、非イオン性界面

(6)

特開平8-319213

9

活性剤(Tween 80: ポリオキシエチレン(20)ソルビタモノオレート) 1 g、硫酸アルミニウムアンモニウム(アルミニウム換算で0.035重量%) 0.35 g、EDTA-2Na 0.85 g及びメチルパラベン0.1 gを溶解し、あるいは、分散させた。得られた分散溶液を上記の粘着基剤溶液と混合し、粘着層溶液を調製した。この際全ての混合操作は約50℃で行われた。次いで、実施例2と同様にして実施例5の粘着性バックシートを得た。

## 【0045】実施例6

25%ポリアクリル酸ナトリウム塩(重量平均分子量: 約 $5 \times 10^4$ )水溶液20 gと、脱イオン水20 g中にメチルビフェニルエーテル-マレイン酸無水物共重合体10 gを溶解させた溶液とを混合して粘着基剤溶液を作製した。

【0046】脱イオン水19 gに40%ポリアクリル酸10 gを溶解させた溶液に、グリセリン10 g、ペパーミントオイル2.3 g、ジクロフェナックナトリウム4%、非イオン性界面活性剤(Tween 80: ポリオキシエチレン(20)ソルビタモノオレート) 1 g、アルミニウムボタシウム硫酸塩(アルミニウム換算で0.03重量%) 0.3 g、EDTA-2Na 0.8 g及びメチルパラベン0.1 gを溶解させ、次いでカオリン10 g及び二酸化チタン1.5 gを分散させた。得られた分散溶液を上記の粘着基剤溶液と混合し、粘着層溶液を調製した。次いで、実施例2と同様にして実施例6の粘着性バックシートを得た。

## 【0047】比較例1

ポリアクリル酸ナトリウム塩(重量平均分子量: 約 $1 \times 10^4$ ) 15 g、グリセリン30 g及び硫酸アルミニウムカリウム(アルミニウム換算で0.028重量%) 0.3 gをニーダーで均質になるようによく混合し、これに20%ポリアクリル酸水溶液15 g、水28.5 g及び1 gのTween 80を添加し、次いで混合物を充分に攪拌して均質な混合物とした後、得られた混合物中に実施例1の美容成分混合物10 gを加えて乳剤化し、粘着層溶液を得た。次に、実施例2と同様にして比較例1の粘着性バックシートを得た。

## 【0048】比較例2

脱イオン水18 g中にメチルビニルエーテル-マレイン酸無水物共重合体2.0 g及びクエン酸0.5 gを溶解させた溶液に、カオリン20 g、二酸化チタン3 g、ゼラチン5 g、ポリアクリル酸ナトリウム塩3 g、ナトリウムカルボキシメチルセルロース1 g、天然ゴムラテックス5 g、ステレンブタジエンラテックス(SBRラテックス) 5 g、ポリブテン2.4 g、実施例1の美容成分混合物10 g及び酸価防止剤0.1 gを添加して

10

粘着層溶液を調製した。次に、実施例2と同様にして比較例2の粘着性バックシートを得た。

## 【0049】比較例3

脱イオン水18 gにゼラチン1.5 g、ポリビニルピロリドン3 g、メチルパラベン0.1 g及びウレア1 gを50℃で溶解させ、これに1,3-ブチレングリコール5 g、ペパーミントオイル2.2 g、ジクロフェナックナトリウム4 g、ソルビトル50 g及び水酸化アルミニウム0.5 gを添加した。得られた混合物に更に1,3-ブチレングリコール6.7 g、ポリアクリル酸ナトリウム4 g及びナトリウムカルボキシメチルセルロース4 gの混合物を添加し、混合して粘着層溶液を調製した。次に、実施例2と同様にして比較例3の粘着性バックシートを得た。

## 【0050】試験例1

本発明による粘着性バックシートの付着力及び粘着力をPSTCに基づいて次の如く評価した。

## 【0051】付着力試験(PSTC-1)

実施例1~3及び5と比較例1の粘着性バックシート並びに市販されている2つの接着剤(adhesives、韓国の第一薬品(株)製商品名: 第一バブ(JEIL PARF ' '), 及び、韓国のデイル化学(株)製商品名: デイルパス(DAEIL PAS ' '))をそれぞれ0.5インチ×20 cmの大きさに切り取った。粘着層から剥離層を約10 cm剥離し、バックシート又は接着剤をステンレススチール板上に付着させ、ゴムローラ(2.3 kg)で板上を二回往復してならした。バックシート又は接着剤をステンレススチール板から180°剥がす時に要する力をユニバーサルテストマシン(ZWICK)で測定し、強度を計算した。同様な試験を3回反復実施して求められた平均値を表1に示す。

## 【0052】粘着力試験(PSTC-6)

実施例1~3及び5と比較例1の粘着性バックシート並びに市販されている2つの接着剤(adhesives、韓国の第一薬品(株)製商品名: 第一バブ(JEIL PARF ' '), 及び、韓国のデイル化学(株)製商品名: デイルパス(DAEIL PAS ' '))をそれぞれ1.0インチ×30 cmの大きさに切り取って粘着層から剥離層を剥ぎ取り、バックシートや接着剤をその粘着層が上方に向くようにして平らなガラス板上に固定させた。バックシート又は接着剤の一端にTT-10ローリングボールタックテスター(Chemscantans International社製)を固定し、そこから5/16インチのボールを発射した。ボールが粘着層上で移動した距離を測った。同様な試験を3回反復して求められた平均値を表1に示す。

## 【0053】

【表1】



(7)

特開平8-319213

11

12

	実 施 例				比較例 1	市販品 ：第一 パブ	市販品 ：ダイ ルバス
	1	2	3	5			
接着強度 (g/1cm)	125.7 ±34.3	185.4 ±48.5	176.9 ±32.7	183.3 ±28.2	74.7 ±34.5	222.3 ±42.5	48.6 ±11.6
タック (cm)	2.80 ±0.84	0.67 ±0.27	2.25 ±0.75	1.24 ±0.34	3.98 ±1.44	1.87 ±0.35	4.35 ±0.96

## 【0054】実験例2

本発明によるバックシートの付着特性及び肌に付着した場合の効果を知るために、実施例1～4及び比較例1～2並びに市販されている美容用バックシートを顔面に付着し易い適当な大きさに切り取り、目、鼻、及び口を露出させる開口を形成した。

【0055】市販されたものを除いた各バックシートを10名の希望者の顔に3時間付着して皮膚への付着力、粘り気の残存、剥く時の痛さ、皮膚に対する刺激、美容効果（柔軟性及び保水効果）を3段階、すなわち○：優

秀、△：良好、×：無効で評価した。市販品については30分間適用した。また、バックシートを60℃で2時間放置してその保形性を評価した。架橋結合度については、バックシートを60℃の水に3時間浸して攪拌し、この条件下でシートが水に溶解した時は不良とし、シートが分散して膨潤すればその架橋結合度が良好なものであると評価した。結果を表2に示す。

【0056】

【表2】

	実 施 例				比較例		市販 品
	1	2	3	4	1	2	
皮膚への付着力	○	○	○	○	○	×	△
粘り気の残存	○	○	○	○	△	○	△
剥く時の痛さ	○	○	○	○	○	○	○
皮膚に対する刺激	○	○	△	○	○	△	○
美容効果	○	○	○	○	○	×	○
高温での保形性	○	○	○	○	△	○	○
交差結合性	○	○	○	○	×	○	—
保水性	○	○	○	○	○	×	×

【0057】この表2の結果から知られる如く、ゼラチン、5重量未満のメチルビニルエーテル-マレイン酸無水物共重合体、そしてポリアクリル酸を含有する比較例2のバックシートは皮膚への付着力がごく不良であった。

## 【0058】実験例3

本発明のバックシートの有効成分の硬皮浸透性を調べるため、体重約350gの牡モルモット（guinea pig）の腹部の毛をクリッパーで除去し、除去した部位を切り取って-20℃で冷凍した。フランツタイプ（Franz type）の拡散セル（diffusion cell）のスライドガラス上に上記皮膚試料をその角質層が上方を向くように置いた。セルの収容部には緩衝液（収容部溶液）を満たし、このセルを37℃に維持した。

【0059】上記実施例5及び6並びに比較例1のバックシートを皮膚上に適用し、収容部の溶液を600rpm

で攪拌した。所定時間が経過した時、収容部溶液の一部を周期的に排出し、同じ量の新しい溶液を補充した。セルから採取した収容部の溶液に対し高性能液体クロマトグラフィー（HPLC）を実施してその中に含まれている薬剤の濃度を測定した。なお、HPLCの条件は次の通りであった。

カラム：C<sub>18</sub>（Waters Chromatography, Milford, Mass.）

移動相：メタノール：0.5M酢酸ナトリウム緩衝液（30：70、V/V）

流速：1.2ml/分

検出器：UV280nm

結果を表3に示す。

【0060】

【表3】

	実施例5	実施例6	比較例1
薬物flux (μg/cm-hr)	12.7±1.3	8.4±0.8	8.7±0.5

【0061】以上、本発明をその好ましい具体例によって説明したが、本発明の趣旨からそれない限り、多様な

( 8 )

特開平 8 - 3 1 9 2 1 3

13

14

変形と変化があり得ることは自明なことである。

【図面の簡単な説明】

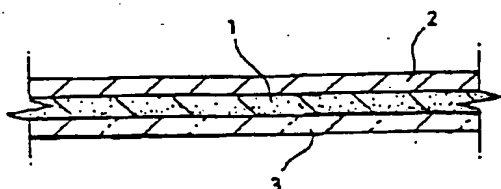
【図 1】 図 1 は、本発明による 1 層の粘着層を有するバックシートの一例を示す断面説明図である。

【図 2】 図 2 は、本発明による 2 層の粘着層を有するバックシートの一例を示す断面説明図である。

【符号の説明】

1、1' … 粘着層、2 … 剥離層、3 … 支持層。

【図 1】



【図 2】

